

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11302699 A**

(43) Date of publication of application: **02 . 11 . 99**

(51) Int. Cl

C11D 17/06
C11D 1/72
C11D 1/74
C11D 3/06
C11D 3/08
C11D 3/10
C11D 3/20
C11D 3/33
C11D 3/37
C11D 11/02

(21) Application number: **10123959**

(22) Date of filing: **17 . 04 . 98**

(71) Applicant: **LION CORP**

(72) Inventor: **MASUI HIROYUKI**
HORIE HIROMICHI
TAKAHASHI TOMONORI

(54) PRODUCTION OF GRANULAR NONIONIC DETERGENT COMPOSITION

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a granular nonionic detergent compsn. which contains a reduced amt. of fine powder though it contains an oil-absorbent carrier by spray drying an aq. slurry contg. an alkali metal silicate, an acidic substance, and a detergent builder and subjecting the resultant particles and a nonionic surfactant to granulation by kneading and crushing.

SOLUTION: A slurry is prepd. by successively dissolving or dispersing 1-40 wt.% alkali metal silicate (e.g.

sodium silicate), an acidic substance in an amt. of from an amt. necessary for neutralizing the alkali metal silicate to three times the necessary amt., and 1-60 wt.% detergent builder (e.g. an alkali builder or a chelate builder) in water. 5-70 wt.% dried particles obtd. by spray drying the slurry, 10-50 wt.% nonionic surfactant, a clay substance, a fluorescent agent, a bleaching agent, etc., are subjected to granulation by stirring or granulation by kneading and crushing to give the objective granular nonionic detergent compsn. Examples of the nonionic surfactant used are a polyoxyethylene alkyl ether, a polyoxyethylene alkylphenyl ether, and a fatty acid alkyl ester alkoxylate.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-302699

(43) 公開日 平成11年(1999)11月2日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

C 1 1 D 17/06
1/72
1/74
3/06
3/08

C 1 1 D 17/06
1/72
1/74
3/06
3/08

審査請求 未請求 請求項の数 1 F D (全 8 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号

特願平10-123959

(22) 出願日

平成10年(1998)4月17日

(71) 出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72) 発明者 増井 宏之

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 堀江 弘道

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 高橋 友則

東京都墨田区本所一丁目3番7号 ライオン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 池浦 敏明 (外1名)

(54) 【発明の名称】 粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 吸油性担体成分が含まれているにもかかわらず、微粉量が抑制され、良好な流動性が保持され、しかもその製造過程におけるスラリー移送性も良好な粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法を提供する。

【解決手段】 アルカリ金属珪酸塩、酸性物質及び洗剤ビルダーを配合した水性スラリーを噴霧乾燥して噴霧乾燥粒子を調製した後、該粒子とノニオン界面活性剤を攪拌造粒又は捏和破碎造粒する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 アルカリ金属珪酸塩、酸性物質及び洗剤ビルダーを配合した水性スラリーを噴霧乾燥して噴霧乾燥粒子を調製した後、該粒子とノニオン界面活性剤を攪拌造粒又は捏和破碎造粒することを特徴とする粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法に関し、更に詳しくは微粉量が抑制され、流動性等に優れた粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】ノニオン界面活性剤は、一般に低泡性であり、洗浄力が水の硬度の影響を受けにくく、特に泥汚れや低温での汚れ分散性にも優れている。更に、生分解性が良好で環境負荷が低く、低毒性で安全性にも問題がないなど、優れた界面活性剤である。ただ、ノニオン界面活性剤は常温で液体のものが多いため、液体状態のまま多量に固体状洗剤に配合した場合、ノニオン界面活性剤が徐々にしみ出してきて、流動性や耐ケーキング性が悪化するという欠点がある。

【0003】そこで、ノニオン界面活性剤のしみ出しを抑制するため、吸油性担体を配合することが提案されている（例えば特開平 4-339898 号、特開平 5-125400 号、特開平 5-209200 号各公報等）。しかしながら、ノニオン界面活性剤を基材とする洗剤成分に吸油性担体を配合して造粒処理に付した場合、配合された吸油性担体のうち一部は造粒されずに微粉となっており、流動性が悪くなる等の問題があった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明は上記従来技術の実情に鑑みてなされたものであって、吸油性担体が存在しているにもかかわらず、微粉量が低減した粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意研究を重ねた結果、微粉の発生は造粒工程で吸油性担体が造粒されずに残存するのが原因で、吸油性担体を噴霧乾燥のスラリー配合時に合成し吸油性担体含有洗剤ビルダー噴霧乾燥粒子を調製した後に、該噴霧乾燥粒子をアニオン界面活性剤と混合造粒処理に付することにより、上記目的が達成されることを見出し、本発明に到達した。

【0006】即ち、本発明によれば、アルカリ金属珪酸塩、酸性物質及び洗剤ビルダーを配合した水性スラリーを噴霧乾燥して噴霧乾燥粒子を調製した後、該粒子とノニオン界面活性剤を攪拌造粒又は捏和破碎造粒することを特徴とする粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法が提供される。

【0007】

【発明の実施の形態】以下、本発明について、具体的に詳しく説明する。本発明の粒状ノニオン洗剤組成物の製造方法は、少なくともノニオン界面活性剤、洗剤ビルダー及び吸油性担体を含有する粒状ノニオン洗剤組成物を製造するに当たり、

イ) アルカリ金属珪酸塩、酸性物質及び洗剤ビルダーを配合した水性スラリーを噴霧乾燥して噴霧乾燥粒子を調製し、

ロ) 得られた噴霧乾燥粒子とノニオン界面活性剤を攪拌造粒又は捏和破碎造粒することを特徴とする。

【0008】従来、吸油性担体を含む粒状ノニオン洗剤組成物の製造に際しては、ノニオン界面活性剤を基材とする洗剤成分に吸油性担体を混合し造粒処理に付するのが一般であったが、この場合配合された吸油性担体の一部は造粒されずに微粉となって残る。しかし、本発明の方法では、スラリー配合時に酸性物質とアルカリ金属珪酸塩を反応させホワイトカーボンを生成させることにより、①ホワイトカーボンをスラリーに配合する工程を省く（吸油性担体をスラリーに配合するとホワイトカーボンがゲル化し、スラリーの移送が困難になる）ことができると共に、ホワイトカーボンを予め含む洗剤ビルダーの噴霧乾燥粒子を得ることができ、しかも②得られた噴霧乾燥粒子を造粒処理に付することにより、造粒品中の微粉量を抑制することができるものとなる。

【0009】本発明の方法においては、ノニオン界面活性剤としては、各種のノニオン界面活性剤を使用することができる。好ましいノニオン界面活性剤としては、例えば、以下のものを挙げることができる。

【0010】(1) 炭素数 6~22、好ましくは 8~18 の脂肪族アルコールに炭素数 2~4 のアルキレンオキシドを平均 3~30 モル、好ましくは 5~20 モル付加したポリオキシアルキレンアルキル（又はアルケニル）エーテル。この中でも、ポリオキシエチレンアルキル（又はアルケニル）エーテル、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンアルキル（又はアルケニル）エーテルが好適である。

(2) ポリオキシエチルアルキル（又はアルケニル）フェニルエーテル。

【0011】(3) 長鎖脂肪酸アルキルエステルのエステル結合間にアルキレンオキシドが付加した以下の式で示される脂肪酸アルキルエステルアルコキシレート。



(R^1CO は、炭素数 6~22、好ましくは 8~18 の脂肪酸残基を表わす。OA は、エチレンオキシド、プロピレンオキシド等の炭素数 2~4、好ましくは 2~3 のアルキレンオキシドの付加単位を表わす。n は、アルキレンオキシドの平均付加モル数を示し、一般に 3~30、好ましくは 5~20 の数である。 R^2 は、炭素数 1

～3の置換基を有してもよい低級アルキル基を表す。)

【0012】(4)ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル。

(5)ポリオキシエチレンソルビット脂肪酸エステル。

(6)ポリオキシエチレン脂肪酸エステル。

(7)ポリオキシエチレン硬化ヒマシ油。

(8)グリセリン脂肪酸エステル。

【0013】上記のノニオン界面活性剤の中でも、融点が40℃以下でHLBが9～16のポリオキシエチレンアルキル(又はアルケニル)エーテル、脂肪酸メチルエステルにエチレンオキシドが付加した脂肪酸メチルエステルエトキシレートが特に好適に用いられる。また、これらのノニオン界面活性剤は混合物として使用してもよい。

【0014】ノニオン界面活性剤は、粒状ノニオン洗剤組成物中に、好ましくは10～50重量%、更に好ましくは15～40重量%、特に好ましくは20～30重量%含有される。この量が10重量%未満では、得られる洗剤粒子中のノニオン界面活性剤濃度が低いばかりか低嵩密度となるため、洗剤の使用量を多くしないと良好な洗浄効果が得られず、近年のコンパクト化と相反する結果となり好ましくない。また、省資源の点でも好ましくない。一方、50重量%を超えると、バッチ式の製造の場合には特に問題とはならないが、連続式の製造の際には造粒機内への付着量が増し、安定に製造することが困難となり、好ましくない。

【0015】本発明の実施に当たっては、先ずアルカリ金属珪酸塩、酸性物質及び洗剤ビルダーを配合した水性スラリーが調製され、続いて該スラリーを噴霧乾燥して噴霧乾燥粒子が調製される。アルカリ金属珪酸塩としては、珪酸ナトリウム、珪酸カリウムが好ましく用いられ、スラリー配合組成中に、好ましくは1～40重量%、より好ましくは5～30重量%含有される。この量が1重量%未満では、生成するホワイトカーボンの量が低下するし、逆に40重量%超過では、中和させるための酸性物質を配合すると洗剤ビルダーを配合する余裕がなくなる。

【0016】酸性物質としては、無機及び有機の酸性物質が使用できるが、水中での解離定数 pK_a が6.5以下の酸性物質が好ましい。使用量は、アルカリ金属珪酸塩に対し、中和必要量の等量～中和必要量の3倍量が好ましく、特にアルカリ金属珪酸塩に対し、中和必要量の1.2倍量～中和必要量の2倍量がより好ましい。使用量が、中和必要量の等量未満では、十分反応せず生成するホワイトカーボンの量が低下するし、中和必要量の3倍量超過では、スラリー配合装置が腐食する。

【0017】洗剤ビルダーとしては、通常洗剤に使用されるアルカリビルダーやキレートビルダーが好ましく使用される。アルカリビルダーとしては、アルカリ金属炭酸塩(炭酸ナトリウム、炭酸カリウム等)、アルカリ金

属ケイ酸塩(ケイ酸ナトリウム、ケイ酸カリウム等)などがある。また、キレートビルダーとしては、アルミノ珪酸塩、トリポリリン酸塩、クエン酸塩、コハク酸塩、ポリアクリル酸塩、アクリル酸-マレイン酸共重合体、イミノカルボン酸/塩、EDTAなどがある。洗剤ビルダーの配合量は、スラリー配合組成中に1～60重量%とするのが好ましく、特にスラリー配合組成中に5～40重量%とするのが更に好ましい。配合量が、1重量%未満では噴霧乾燥粒子の嵩密度が著しく低下し、噴霧乾燥粒子の収率が低下するし、逆に60重量%超過では噴霧ノズルが摩耗する。

【0018】本発明における水性スラリーの調製に当たっては、その配合順序としては、水→アルカリ金属珪酸塩→酸性物質→アルカリビルダー→その他の洗剤ビルダーであり、任意にモンモリロナイトなどの粘土鉱物、蛍光剤等をアルカリビルダーを配合後に配合しても良い。

【0019】得られたホワイトカーボン含有洗剤ビルダーの水性スラリーは、次に公知の噴霧乾燥法により乾燥され、噴霧乾燥粒子が調製される。水性スラリーの水分は20～80重量%が好ましく、更に好ましくは30～60重量%である。なお、噴霧乾燥粒子の製造においては、上記したようにモンモリロナイトなどの粘土鉱物や蛍光剤等を添加することができる。

【0020】噴霧乾燥粒子は、粒状ノニオン洗剤組成物中に、好ましくは5～70重量%、更に好ましくは20～50重量%含有される。配合量が5重量%未満では、装置への付着性が増大するし、逆に70重量%超過では、造粒装置の摩耗が激しくなるので、好ましくない。

【0021】本発明の方法においては、次に上記工程で得られた噴霧乾燥粒子とノニオン界面活性剤とを攪拌造粒又は捏和破碎造粒し、粒状ノニオン洗剤組成物が製造される。なお、粒状ノニオン洗剤組成物中には、通常洗剤に配合される粘土鉱物や少量成分、例えば蛍光剤、酵素、漂白剤、帯電防止剤、表面改質剤、アニオン界面活性剤、再汚染防止剤、増量剤、香料、還元剤等を配合することができるが、これらの成分は本造粒工程で配合してもよいし、また本工程で得られた洗剤粒子に配合してもよい。

【0022】その他の洗剤中に配合される成分の具体例としては、以下のものが示される。

(1)粘土鉱物：モンモリロナイト、ノントロナイト、バイデライト、パイロフィライト、サボナイト、ヘクトライト、スチープンサイト、タルク等。

(2)蛍光剤：ビス(トリアジニルアミノ)スチルベンジスルホン酸誘導体、ビス(スルホスチリル)ビフェニル塩[チノパールCBS]等。

(3)酵素：リパーゼ、プロテアーゼ、セルラーゼ、アミラーゼ等。

(4)漂白剤：過炭酸塩、過硼酸塩等。

(5)帯電防止剤：ジアルキル型4級アンモニウム塩な

どのカチオン界面活性剤等。

(6) 表面改質剤：微粉炭酸カルシウム、微粉ゼオライト、ポリエチレングリコール等。

(7) アニオン界面活性剤： α -スルホ脂肪酸メチルエステル塩、直鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩、 α -オレフィンスルホン酸塩、アルキル硫酸エステル塩、脂肪酸石鹸等。

(8) 再汚染防止剤：カルボキシメチルセルロースなどのセルロース誘導体等。

(9) 増量剤：硫酸ナトリウム、硫酸カリウム、塩酸ナトリウム等。

(10) 香料：

(11) 還元剤：亜硫酸ナトリウム、亜硫酸カリウム等。

【0023】本発明の方法においては、前記噴霧乾燥粒子とノニオン界面活性剤は攪拌造粒又は捏和破碎造粒に付され、粒状ノニオン洗剤組成物が製造される。

【0024】攪拌造粒法においては、攪拌造粒機として、ハイスピードミキサー〔深江工業（株）製〕、シュギミキサー〔ホソカワミクロン（株）製〕、レーディグミキサー〔（株）マツボー製〕などの造粒器内部に攪拌翼を有し、この攪拌翼と造粒器内部壁面との間に30mm以下のクリアランスを有する内部攪拌型の造粒機に、前記噴霧乾燥粒子、ノニオン界面活性剤及び洗剤ビルダー、更には任意に添加することのできる成分を導入し、処理することによって粒状ノニオン洗剤組成物を製造することができる。

【0025】攪拌造粒の温度は、一般に20～60℃、好ましくは30～50℃、更に好ましくは35～50℃である。温度が20℃よりも低い場合には、造粒が進みにくく、好ましくない。一方、温度が60℃よりも高くなると、逆に、造粒機への付着が生じ、負荷が過大となり易くなり、好ましくない。また、攪拌造粒処理における処理時間は、通常、1～10分間、好ましくは2～8分間である。

【0026】捏和破碎造粒法においては、混練押し機、好ましくは、密閉式の圧密化処理装置、更に好ましくは横型連続式のニーダーに、前記噴霧乾燥粒子、ノニオン界面活性剤及び洗剤ビルダー、並びに必要に応じて他の任意成分を導入し、ニーダー内で剪断力を付与しながら混合して造粒物（固体洗剤）を形成し、次いで破碎造粒機、好ましくは、カッターミルによって破碎造粒し、圧密化処理を行って製造することができる。この場合、ニーダーの他に、一軸又は二軸スクリュウ押出機などを用いて行うこともできる。本発明で使用する混練押し機として、具体的には、株式会社栗本鐵工所製のKRCニーダーなどが挙げられる。本発明で使用する破碎造粒機としては、例えば、フィッツミル〔ホソカワミクロン（株）製のDKASO 6型〕を使用することができる。破碎造粒の際には、粉碎助剤として、例えば、結晶質アルミノケイ酸ナトリウムを添加してもよい。

【0027】混練押し機は、一般に30～60℃、好ましくは35～55℃、更に好ましくは40～50℃である。温度が30℃よりも低い場合には、混練押し機への負荷が過大となり易く、好ましくない。一方、温度が60℃よりも高くなると、逆に、混練物が粉碎機に付着し易くなり、好ましくない。処理時間は、通常、0.2～2分間、好ましくは0.5～1分間である。また、破碎造粒処理は、一般に5～30℃、好ましくは10～25℃、更に好ましくは10～20℃である。温度が5℃よりも低い場合には、結露が発生し易くなり、好ましくない。一方、温度が30℃よりも高くなると、逆に、粉碎機への付着が生じ易くなり、好ましくない。処理時間は、通常、1～30秒間、好ましくは3～30秒間である。

【0028】このような、噴霧乾燥粒子とノニオン界面活性剤を使用する攪拌造粒又は捏和破碎造粒により、本発明の方法では高密度が0.3～1.2g/ml、好ましくは0.5～1g/mlの圧密化物を得ることができる。更に、このようにして製造された洗剤粒子に対して、例えば、転動ドラム中でコーティング剤を添加してコーティング処理してもよい。これにより、流動特性を改良することができる。コーティング剤としては、JIS200メッシュふるい通過分が50%以上の無機質粉末が好適であり、素材的には例えば、炭酸ナトリウム、炭酸カルシウム等の炭酸塩や、非晶質シリカ、ケイ酸カルシウム、ケイ酸マグネシウム等のケイ酸塩、ゼオライト等のアルミノケイ酸塩等を使用することができる。コーティング剤は、本発明の粒状ノニオン洗剤組成物中に、一般に0.5～15重量%、好ましくは1～10重量%の量で使用される。

【0029】更に、このように製造された洗剤粒子には、アルカリビルダー、その他の洗剤ビルダー、粘土鉱物、蛍光剤、酵素、香料などの成分を添加することもできる。得られた粒状ノニオン洗剤組成物は、一般に平均粒径300～3000 μ m、好ましくは350～2000 μ m、特に好ましくは400～1000 μ mである。

【0030】

【実施例】以下、本発明について、実施例及び比較例により更に詳細に説明する。なお、実施例及び比較例においては、以下の試験方法により各試料を評価した。

【0031】〈微粉量評価〉JIS100メッシュふるいを通過する粒子の重量%で評価した。10%以下が好ましい。

【0032】〈流動性試験〉JIS Z2502に基づいて45℃における安息角を排出法で測定し、以下の基準に従って評価した。

◎：45°未満

○：50°未満45°以上

△：55°未満50°以上

×：55°以上

【0033】〈スラリー移送性評価〉スラリーをポンプで配合槽から噴霧ノズルまで移送する際の移送性について、以下基準に従って評価した。

◎：全く問題なく移送が可能

○：僅かに詰まりを生じるが、移送は可能

△：断続的に詰まりを生じ、移送が困難

×：移送不可能

【0034】〈使用原料〉なお、実施例及び比較例で使用する原料は、以下の通りである。

【0035】成分(a)：ノニオン界面活性剤
 $C_{12}H_{25}O(CH_2CH_2O)_7H$ [新日本理化(株)製]
 コノール20Pにエチレンオキシドを平均7モル付加したポリオキシエチレンラウリルエーテル]

【0036】成分(b)：アルカリ金属珪酸塩、酸性物質及び洗剤ビルダーをスラリー配合し噴霧乾燥により得られた粒子

(b-1) アルカリ金属珪酸塩
 珪酸ナトリウム：JIS2号ケイ酸ナトリウム [日本化学工業(株)製]

【0037】(b-2) 酸性物質

① 酸性物質A

硫酸 [純正化学(株)製]

② 酸性物質B

ポリアクリル酸：ジュリマーAC-10S (固形分40%)

*% [日本純薬(株)製]

【0038】(b-3) 洗剤ビルダー

① 洗剤ビルダーA

炭酸ナトリウム：粒灰 [旭硝子(株)製]

② 洗剤ビルダーB

ゼオライト：結晶性アルミノケイ酸ナトリウム [水沢化学(株)製]

③ 洗剤ビルダーC

アクリル酸とマレイン酸のコポリマー：ソカランCP5 (BASF社製)

④ 洗剤ビルダーD

亜硫酸曹達：無水亜硫酸曹達 [神州化学(株)製]

【0039】なお、任意成分は以下のものを使用した。

モンモリロナイト：中国製ベントナイトBPW-009 [三菱商事(株)]

ホワイトカーボン：トクシールN [(株)トクヤマ製]

蛍光剤：4,4'-ビス(2-スルホステリル)ビフェニルジナトリウム、チバスペシャリティケミカルズ社製チノパールCBS-X

20 酵素：リパーゼ/プロテアーゼ/セルラーゼ/アルカラゼ=1/1/1/1混合物

香料：表1に示す組成のもの

【0040】

【表1】

成分	配合量 (重量部)
3,7-ジメチル-1,6-オクタジエン-3-オール	80
3,7-ジメチル-1,6-オクタジエン-3-イル-アセテート	60
3,7-ジメチル-6-オクテン-1-オール	40
β-フェニルエチルアルコール	50
p-tert-ブチル-α-メチルヒドロシナミックアルデヒド	70
α-メチル-p-イソプロピルフェニルプロピオンアルデヒド	60
α-n-アミルシナミックアルデヒド	20
α-n-ヘキシルシナミックアルデヒド	60
7-アセチル-1,1,3,4,4,6-ヘキサメチルテトラヒドロナフタレン	80
3-(5,5,6-トリメチル-ノルバルナン-2-イル)シクロヘキサン-1-オール	20
ベルトフィックス	30
2-エチル-4-(2,2,3-トリメチル-3-シクロペンテ-1-イル)-2-ブタン-1-オール10%	10
α,α-ジメチル-p-エチルヒドロシナミックアルデヒド	40
2,4-ジメチル-3-シクロヘキセン-1-カルボキシアルデヒド	10
cis-3-ヘキセノール	10
2-trans-3,7-ジメチル-2,6-オクタジエン-1-オール	30
n-デシルアルデヒド	5
10-ウンデセン-1-オール	5
メチルノニルアセトアルデヒド	50

4- (4-ヒドロキシ-4-メチルペンチル) -3- シクロヘキセン-1-カルボキシアルデヒド	30
ナフタレン-2-アセチル-1, 2, 3, 4, 6, 7, 8- オクタヒドロ-2, 3, 8, 8-テトラメチル	30
5- (2-メチレン-6, 6-ジメチル-シクロヘキシル) -4-ペンタン-3-オン	50
2-メトキシ-4-プロペニルフェノール	20
アリルシクロヘキサプロピオネート	10
6, 7-ジヒドロ-1, 1, 2, 3, 3-ペンタメチル -4 (5H) -インダノン	5
p-プロペニルフェニルメチルエーテル	5
メチル-2-アミノベンゾエート	5
レモンオイル	30
オレンジオイル	20
ラバンジンオイル	20
パチュリオイル	10
3, 7-ジメチル-2, 6-オクタジエナール	30
メチルジヒドロジャスモネート	50
沸点230℃ (1気圧) の香料成分が、全香料中に 占める割合 (wt%)	66

【0041】実施例1

水に後記表2に示す量のアルカリ金属珪酸塩、酸性物質A、洗剤ビルダーA、B、C、Dと蛍光剤をその順に添加し、水に溶解若しくは分散させ、スラリーを調製（系内でホワイトカーボン形成）した後、このスラリーを噴霧乾燥し、乾燥粒子Aを得た。

【0042】次いで、後記表3に示す量の乾燥粒子A、ノニオン界面活性剤、水、洗剤ビルダーA、及びモンモリロナイトを連続ニーダー〔栗本鉄工所（株）製KRC-4型〕に投入し固型洗剤を形成した後、該固型洗剤を30 表3に示す量の洗剤ビルダーBの共存下で破砕造粒機〔ホソカワミクロン（株）製DKASO6型〕を用いて平均粒子径が400～600μmとなるよう造粒した。最後に、他の任意成分（酵素、香料）を表3に示す量加え、粒状ノニオン洗剤組成物（平均粒子径400～600μm）を得た。評価結果を表3に示す。

【0043】実施例2

水に後記表2に示す量のアルカリ金属珪酸塩、酸性物質B、洗剤ビルダーA、B、C、Dと蛍光剤をその順に添加し、水に溶解若しくは分散させ、スラリーを調製（系内でホワイトカーボン形成）した後、このスラリーを噴霧乾燥し、乾燥粒子Bを得た。

【0044】次いで、後記表3に示す量の乾燥粒子B、ノニオン界面活性剤、水、洗剤ビルダーA、及びモンモリロナイトを連続ニーダー〔栗本鉄工所（株）製KRC-4型〕に投入し固型洗剤を形成した後、該固型洗剤を表3に示す量の洗剤ビルダーBの共存下で破砕造粒機〔ホソカワミクロン（株）製DKASO6型〕を用いて平均粒子径が400～600μmとなるよう造粒した。最後に、他の任意成分（酵素、香料）を表3に示す量加 50

え、粒状ノニオン洗剤組成物（平均粒子径400～600μm）を得た。評価結果を表3に示す。

【0045】実施例3

乾燥粒子A、洗剤ビルダーA及びモンモリロナイトをレーディグミキサー〔（株）マツボー製、M-20型〕に投入し、主軸（200rpm）、チョッパー（6000rpm）の攪拌を開始した。攪拌開始後30秒後にノニオン界面活性剤を5分間で添加して、その後平均粒子径が400～600μmとなるよう造粒し、続いて洗剤ビルダーBを5%分投入し、最後に他の任意成分を加え、粒状ノニオン洗剤組成物（平均粒子径400～600μm）を得た。

【0046】比較例1

後記表2に示す量の洗剤ビルダーA、B、C、Dと、ホワイトカーボン〔トクシールN、（株）トクヤマ製〕及び蛍光剤を水に溶解若しくは分散させ、スラリーを調製した後、このスラリーを噴霧乾燥し、乾燥粒子Cを得た。次いで、実施例1における乾燥粒子Aの代わりに乾燥粒子Cを用いた以外は、実施例1と同様にして粒状ノニオン洗剤組成物を得た。評価結果を表3に示す。

【0047】比較例2

後記表2に示す量の洗剤ビルダーA、B、C、Dと蛍光剤を水に溶解若しくは分散させ、スラリーを調製した後、このスラリーを噴霧乾燥し、乾燥粒子Dを得た。次いで、比較例1における乾燥粒子Cの代わりに乾燥粒子Dを用い、且つ洗剤ビルダーA10部の代わりにホワイトカーボン〔トクシールN、（株）トクヤマ製〕8部を用いた以外は、比較例1と同様にして粒状ノニオン洗剤組成物を得た。評価結果を表3に示す。

【0048】

【表2】

スラリー配合組成 (重量%)	乾燥粒子A	乾燥粒子B	乾燥粒子C	乾燥粒子D
アルカリ金属珪酸塩	15	15		
酸性物質				
A	5.1*			
B		13.4**		
洗剤ビルダー				
A	25	20	25	35
B	4	4	10	10
C	4	4	4	4
D	1	1	1	1
ホワイトカーボン			10	
蛍光剤	0.2	0.2	0.2	0.2
水・その他の少量成分	バランス	バランス	バランス	バランス

*) アルカリ金属珪酸塩の中和当量

**) アルカリ金属珪酸塩の中和当量の1.5倍量

【0049】

【表3】

	実施例			比較例	
	1	2	3	1	2
必須成分					
ノニオン界面活性剤	25	25	25	25	25
乾燥粒子					
A	40		40		
B		40			
C				40	
D					40
洗剤ビルダー					
A	10	10	15	10	
B	10	10	5	10	10
任意成分					
ホワイトカーボン					8
モンモリロナイト	7	7	7	7	7
酵素	1	1	1	1	1
香料	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
水・その他少量成分	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
微粉量	3.6	4.5	4.2	8.8	11.6
流動性	◎	◎	◎	○	△
スラリー移送性	◎	◎	◎	△	◎

【0050】表3の結果から、本発明の方法によって得られた粒状ノニオン洗剤組成物は微粉量が抑制され、良好な流動性が維持され、しかもその製造過程におけるスラリー移送性も良好であることがわかる。

【0051】

【発明の効果】本発明の方法によれば、少なくともノニオン界面活性剤、洗剤ビルダー及び吸油性担体を含有す*

* る粒状ノニオン洗剤組成物を製造するに際し、アルカリ金属珪酸塩、酸性物質及び洗剤ビルダーを配合した水性スラリーを噴霧乾燥して噴霧乾燥粒子を調製した後、該粒子とノニオン界面活性剤を攪拌造粒又は捏和破碎造粒することにより、微粉量が抑制され、良好な流動性が維持され、しかもその製造過程におけるスラリー移送性も良好である粒状ノニオン洗剤組成物が得られる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

識別記号

F I

C 1 1 D 3/10
3/20
3/33
3/37
11/02

C 1 1 D 3/10
3/20
3/33
3/37
11/02